

液态高沸点易挥发氟化物新型引流分装及取样方法研究

徐士坤¹, 张权权^{1,2}, 杨建辉¹, 刘绍松¹, 黄中国¹, 项威¹, 付绍良¹, 李准^{1*}, 潘琬婷¹, 袁巍¹, 贺禹华¹, 余长益¹

¹四川红华实业有限公司, 四川 乐山

²清华大学核能与新能源技术研究院, 北京

收稿日期: 2025年7月8日; 录用日期: 2025年8月5日; 发布日期: 2025年8月13日

摘要

液态高沸点易挥发氟化物(后文简称氟化物)的引流分装过程是生产运行单位重点管控风险点。针对氟化物引流分装及取样方法开展研究, 获得了“分段引流”方法。研究结论为: 氟化物因其特有物理性质, 在面临长真空管道引流时会因压力骤降而使液态相态转变为气态相态进而出现气化现象; 对于引流分装及取样过程需控制压力变化使得氟化物相态稳定避免出现安全隐患; “分段引流”方法可以避免在引流分装及取样过程出现氟化物气化现象。本研究通过对氟化物引流分装和取样方法研究, 提高了相应生产单位厂房安全性, 保证重点管控风险点的平稳运行。

关键词

相态稳定, 新型“分段引流”方法, 高沸点易挥发氟化物, 安全性

Study on Novel Drainage, Sub-Packaging, and Sampling Methods for Liquid High-Boiling-Point Volatile Fluorides

Shikun Xu¹, Quanquan Zhang^{1,2}, Jianhui Yang¹, Shaosong Liu¹, Zhongguo Huang¹, Wei Xiang¹, Shaoliang Fu¹, Zhun Li^{1*}, Wanting Pan¹, Wei Yuan¹, Yuhua He¹, Changyi Yu¹

¹Sichuan Honghua Industrial Co., Ltd., Leshan Sichuan

²Institute of Nuclear and New Energy Technology, Tsinghua University, Beijing

Received: Jul. 8th, 2025; accepted: Aug. 5th, 2025; published: Aug. 13th, 2025

*通讯作者。

文章引用: 徐士坤, 张权权, 杨建辉, 刘绍松, 黄中国, 项威, 付绍良, 李准, 潘琬婷, 袁巍, 贺禹华, 余长益. 液态高沸点易挥发氟化物新型引流分装及取样方法研究[J]. 应用物理, 2025, 15(8): 704-711. DOI: 10.12677/app.2025.158075

Abstract

The liquefaction and homogenization workshop is a critical risk control point for production and operation units. This study focuses on the drainage, subdivision, and sampling methods in the liquefaction and homogenization workshop, leading to the development of a novel “segmented drainage” method. The research findings are as follows: due to the unique physical properties of fluorides, a sudden pressure drop during drainage through long vacuum pipelines can cause a phase transition from liquid to gas, resulting in vaporization. To ensure safety, it is essential to control pressure changes during the drainage, subdivision, and sampling processes to maintain the stable phase state of fluorides and avoid potential hazards. The novel “segmented drainage” method effectively prevents fluoride vaporization during these processes. By investigating drainage, subdivision, and sampling methods in the liquefaction and homogenization workshop, this study enhances the safety of the workshop and ensures the stable operation of this critical risk control point.

Keywords

Phase Stability, Novel “Segmented Drainage” Method, High-Boiling Volatile Fluorides, Safety

Copyright © 2025 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

高沸点易挥发氟化物在引流分装工艺过程中有加热液化、液态分装、液态取样工序，普遍认为风险程度较高，一旦发生泄漏，会对环境和操作人员造成严重损害，因此，持续提升液态氟化物引流分装工艺的安全运行水平，一直是行业内的运行管控重点。

目前我国生产单位的高沸点易挥发氟化物存在形式主要是以气态和固态为主，仅在引流分装厂房时为液态氟化物，这也导致我国生产单位的最危险点是在引流分装厂房取样环节和倒料工艺环节。引流分装厂房工作环境为：“高温正压”，在此环境下对氟化物进行加热液化，在分装取样过程中传统生产单位分装引流管道较长，分装引流管道内部几乎接近真空环境，利用高度压力差的作用实现引流过程。但是，传统生产单位的分装引流会出现液态氟化物气化现象，使得安全隐患增大，并且在消除故障期间可能造成氟化物泄漏，使得安全风险升级。目前国内相较于引流分装厂房分装取样过程如何实现更加高效、安全、平稳运行的方法研究较少[1]，本文通过将成熟的分级压力控制应用于一个高风险的特定工业场景，并提供有效的验证方案使其更加安全平稳运行对我国生产单位具有重大意义。

本文针对生产单位的液态氟化物引流分装厂房结构特性，根据液态氟化物分装引流步骤以及分装引流管道和阀门布局，结合氟化物本身的物理特性开展分析，提出适用于液态氟化物的分装引流方法，并结合现场电伴功率数据验证所提方法的正确性，获得了更加安全高效的“分段引流”方法，为液态氟化物的引流分装提供了参考。

2. 工艺概况

利用设备将氟化物中目标元素从天然富集度经过加工过后达到富集度为 3%~5%的产品氟化物，并以

固体形态收集到液化容器中,但是此时富集过后的氟化物产品并不能直接供给下游加工厂进行生产加工,这是因为设备不可能做到绝对的稳定运行,其富集度受设备波动等因素影响,造成收集在液化容器的氟化物富集度和杂质分布不均匀。因此必须经过引流分装工艺处理并取样得到合格的氟化物产品。

该厂房就是将富集的氟化物产品经过加热并在充分液化状态下保持一段时间恒温(净化),使其富集度和杂质分布均匀,且富集度和杂质含量及纯度指标符合标准要求的合格氟化物产品,以满足用户需要。

工艺过程是将固态氟化物在密闭的液化容器中加热至液态,经过 $93^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 的恒温,使氟化物充分对流均质过程,合格后的物料液态分装至产品容器中,期间取出代表性样品,样品分析指标符合要求后 [2],最终产品提供给下游加工厂。产品分装工艺流程图如图 1 所示。

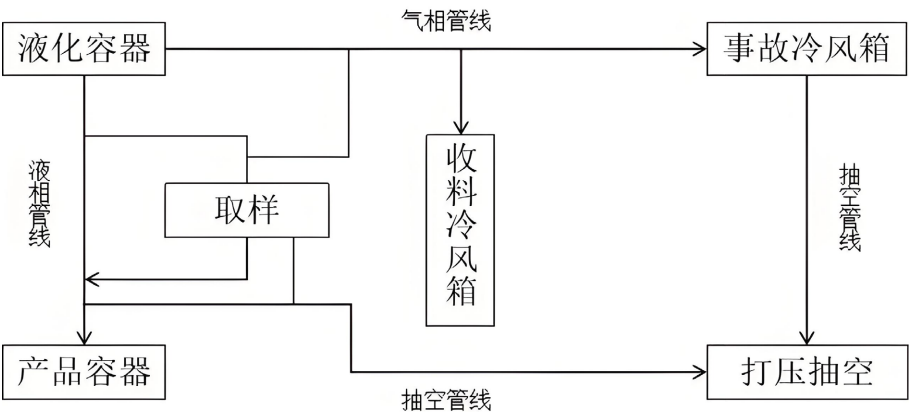


Figure 1. Product sub-packaging process flow chart
图 1. 产品分装工艺流程图

3. 引流特性分析及方法研究

3.1. 氟化物物理特性分析

目前对于氟化物的处理工艺均是在密闭空间里面进行,一般都是基于压力或者查看收料时电子秤的重量进行物料控制和检测。为确保操作的安全及可行性,详细了解氟化物的物理特性至关重要。

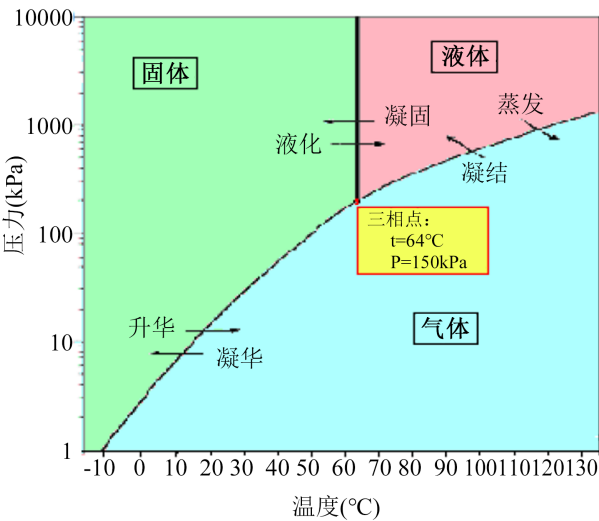


Figure 2. Fluoride phase diagram
图 2. 氟化物相图

高沸点易挥发氟化物在常温常压下以无色透明的结晶体状态进行呈现，同时也会随着温度和压力变化进而转换其相态。在液态时，氟化物为可以自由流动的无色透明状态，在气态时，氟化物为无色气态。氟化物相图如图 2 所示[3]。

从图 2 可以看出，氟化物的三相点约为 64℃，对应压力为 150 kPa。在相同温度下，氟化物会随着压力变化进行相态的转变。同理，在相同压力情况下，氟化物也会随着温度变化进行相态转变。因此现有引流分装方法会因氟化物的相态随着压力的转变而出现气化现象。

综上所述，因氟化物的相态受温度和压力的共同影响，这也使得氟化物作为原料具有一定的优势，即：固态下进行储存，液态情况下方便物料分装等操作，气态情况下方便进行分离。但是也同时需要注意，在实际工艺过程中也需要根据氟化物物理特性进行固、液、气三种状态的控制，使其按照工艺流程顺利完成操作。

3.2. 传统引流分装和取样方法简述

基于氟化物特有性质，在工艺过程中主要是采用液态氟化物进行引流分装和取样操作，这也使得引流分装厂房处于高温正压的环境，也成为了安全生产的风险控制点。为便于后文进行方法描述，现将阀门进行编号，目前引流分装厂房分装取样工艺管线布置如图 3 所示：

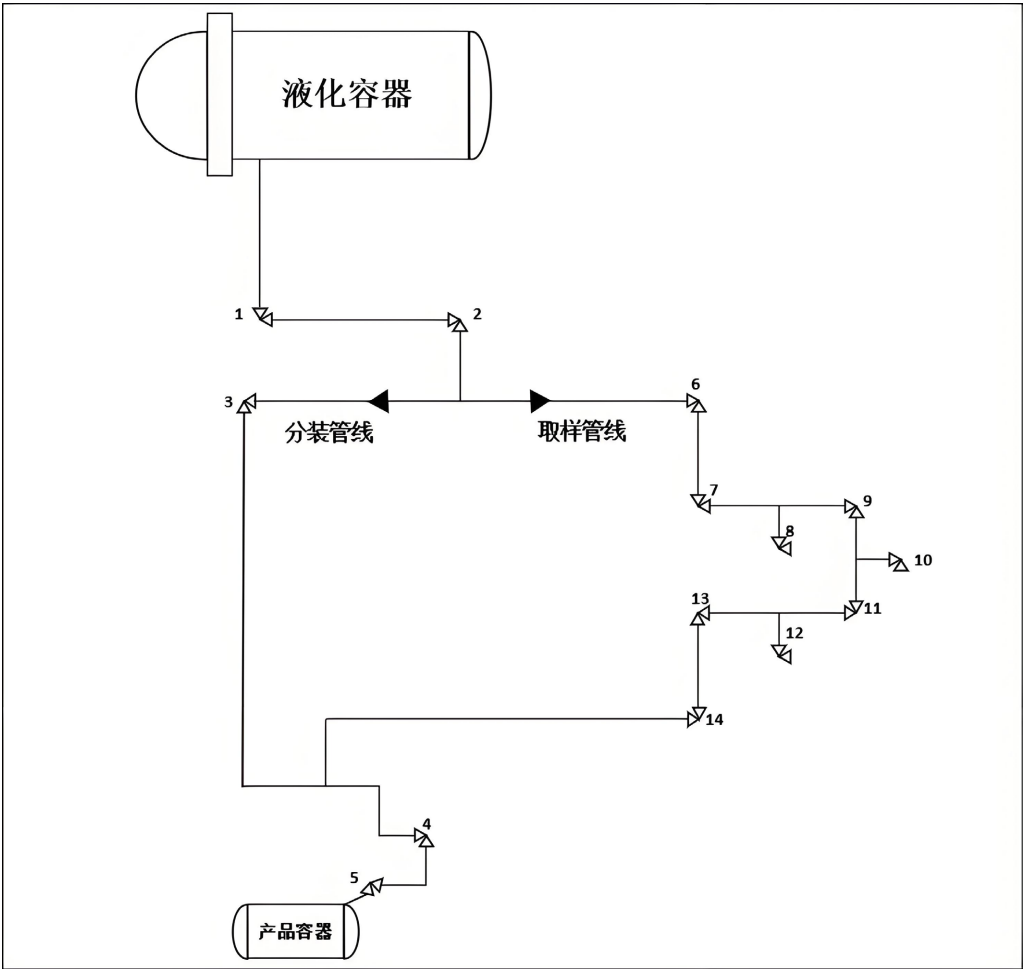


Figure 3. Factory packaging sample process flow chart
图 3. 厂房分装取样流程图

从图 3 可以看出厂房在引流分装以及取样过程具有如下特点：引流分装管线长度长，阀门数量多，设备距离跨度大。国内生产单位的引流分装厂房目前主要是采用在容器内($93^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$)加热液化，维持 12 h 以上后，再对处于液态状态下的氟化物物料进行引流分装，并且在引流分装的中间时段取两支具有代表性的物料作为样品进行分析。在引流分装过程和取样过程中均是利用容器和管道的布置位置产生的压力差来进行引流分装和取样操作，同时在引流分装和取样管道上设置保温措施即使用保温海绵等物质配合电伴进行温度补偿以及保温，保证液态氟化物在引流分装和取样过程中不会因温度过低进而冷凝。目前传统引流分装及取样工艺流程可以简单总结为：1、物料在容器内加热液化，并维持 12 h 以上进而确保物料充分均质；2、打开分装管线阀门(1-5)，利用容器之间的压差进行物料引流分装；3、引流分装中段打开取样管线阀门(1-2, 6-12, 4-5)，取两支液态氟化物样品；4、余料抽空。

3.3. 新型“分段引流”方法

传统方法在引流分装过程中经常出现氟化物气化现象，使得液态氟化物无法顺利进入分装容器或者在取样过程中无法顺利进入取样器。基于氟化物物理特性可知，这是因为高温高压的氟化物液态流体进入引流分装管线/取样管线时，因为管线内部处于高度真空状态且引流分装和取样管线较长，液态氟化物在长管线内流动时因压力的剧烈骤降进而导致引流过程中的前端液态氟化物会出现气化，这也是现在国内生产单位在液态氟化物引流分装和取样阶段经常碰见的问题，使得每次进行该操作需要对不合格的分装和取样过程进行再次的收料、抽空、消堵等操作后再次进行分装和取样工作。

面向上述情况，本文基于氟化物物理特性和厂房引流分装和取样管道布局结构进行分析，在不改变厂房布局的前提下，提出新型引流分装和取样方法。“分段引流”方法主要是遵循以下三条原则：1、氟化物相态会受压力和温度共同影响，因此稳定的相态表现需同时考虑温度及压力变化；2、引流过程主要是基于加热容器与分装容器之间的压差进行驱动；3、引流分装和取样过程的工艺管线长度较长，需避免液态氟化物在前端出现压力骤降情况。为后文描述方便现对相邻阀门间管道命名，命名规则如表 1 所示，同时依据表 1 所给管道物料充盈的固定时间作为开启下一阀门的信号。

Table 1. Pipe nomenclature between adjacent valves
表 1. 相邻阀门间管道命名

相邻阀门	1-2 ¹	2-3	3-4	4-5	2-6	6-7	7-9	9-11	11-13	13-14	14-4
相邻阀门间管道编号	管道 1	管道 2	管道 3	管道 4	管道 5	管道 6	管道 7	管道 8	管道 9	管道 10	管道 11
管道物料充盈时间(s)	5	7	10	5	5	3	4	3	3	3	7

注：1-2 即：阀门 1 和阀门 2 之间所对应的管道，其余同理。

面向液态氟化物引流分装和取样工艺所提出的新型“分段引流”方法流程图如图 4 所示。

通过图 4 所示，“分段引流”方法在不改变现有系统布局的前提下，基于氟化物固有物理特性，通过控制压力和温度进而保证氟化物相态稳定的思路，结合厂房引流分装和取样系统特性，提出了引流分装和取样方法即“分段引流”方法，通过此种方法可以避免在引流分装和取样过程中出现液态氟化物气化现象。

3.4. 新型“分段引流”方法验证

因整个工艺流程均处于密闭空间内进行操作，为了验证该方法的可行性，本文采用结合电伴功率数据进行验证。整个液化分装过程均需要维持温度在 93°C 左右，所以需要在管道外壁加装保温层，并且通过电伴持续供电保温，仅当氟化物液态金属流流经管道后，氟化物金属流温度和管道温度基本保持一致时，电伴功率才出现下降即不再持续加热管道，保证管道内外温度一致，防止氟化物因温度过高汽化。

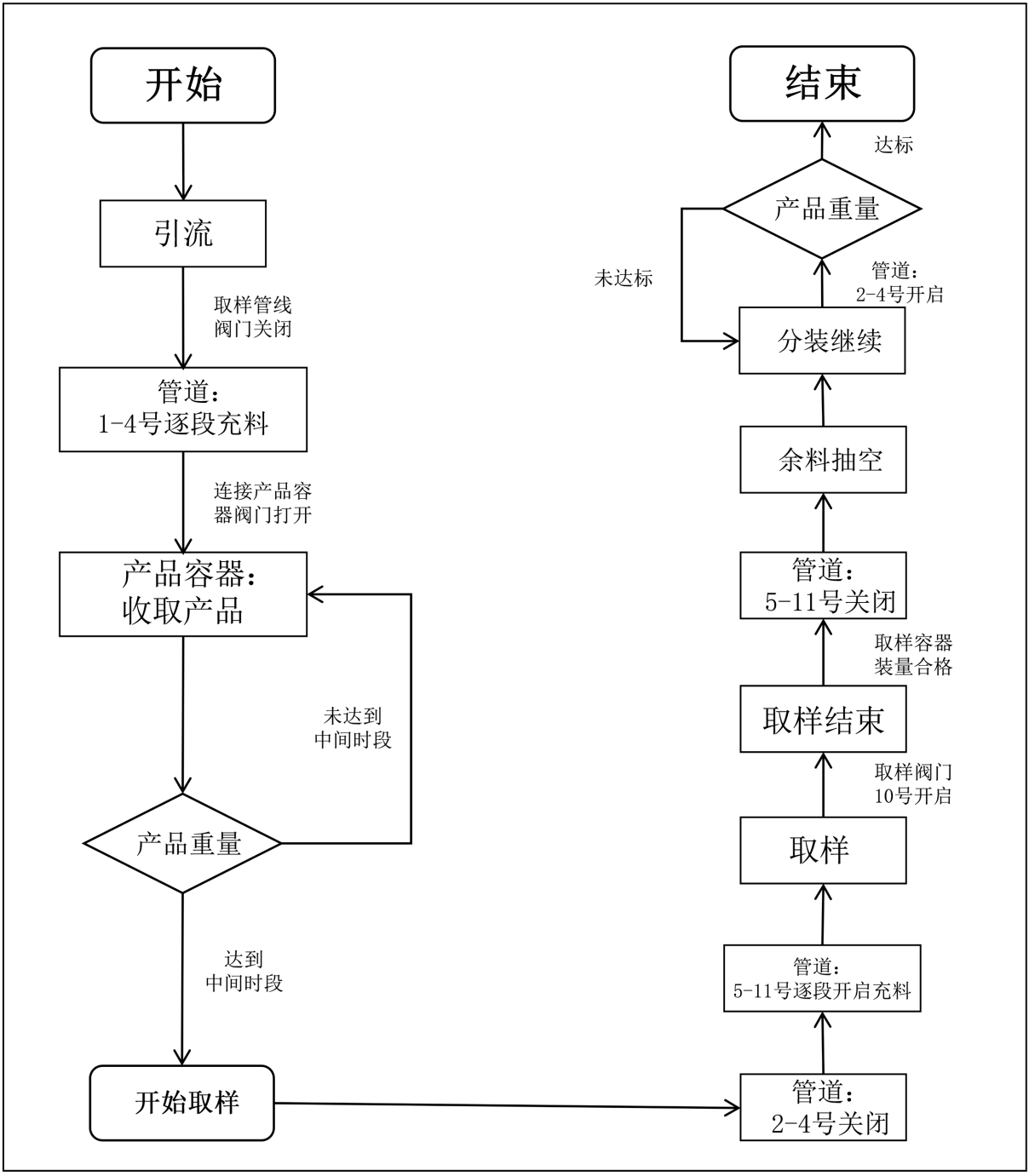


Figure 4. Flowchart of the “segmented drainage” method
图 4. “分段引流”方法流程图

因此本文基于电伴功率变化情况进而验证在“分段引流”方法在液态氟化物厂房引流分装和取样过程中的可行性。采用传统方法(异常状态)和“分段引流”方法的电伴功率变化如表 2 所示。

通过表 2 可知，传统方法因出现气化现象，使得引流无法顺利进行，电伴功率未出现下降即物料在 6 号电伴之前出现了“气堵”物料无法顺利流至后续管道。通过表 3 可知，采用“分段引流”方法的电伴功率随液态氟化物的运动距离而呈现下降趋势，证明了采用“分段引流”方法进行引流分装和取样时，

氟化物不会出现气化现象，保证了该工艺操作的稳定性。

Table 2. Power variation in electrical tracing for traditional sub-packaging, drainage and sampling methods (abnormal conditions)

表 2. 传统分装引流和取样方法的电伴功率变化情况(异常状态)

电伴编号	1	2	3	4	5	6	7	8
电伴位置	管道 1	管道 2	管道 3	管道 4	管道 5	管道 8	管道 9	管道 11
时间节点(s)	7	14	28	31	34	60	80	100
电伴功率(%)	71%	70%	70%	69%	68%	100%	100%	100%

Table 3. Power variation in electrical heat tracing for the “segmented drainage” method

表 3. “分段引流”方法电伴功率变化情况

电伴编号	1	2	3	4	5	6	7	8
电伴位置	管道 1	管道 2	管道 3	管道 4	管道 5	管道 8	管道 9	管道 11
时间节点(s)	7	14	28	31	34	40	42	46
电伴功率(%)	71%	70%	70%	69%	68%	70%	69%	72%

为了进一步验证该方法的可行性，本文也通过分装小室下端电子秤进行称重测量，观察电子秤收料时数据变化，进一步验证分段引流方法的可行性。分装小室电子秤收料数据如图 5 所示。

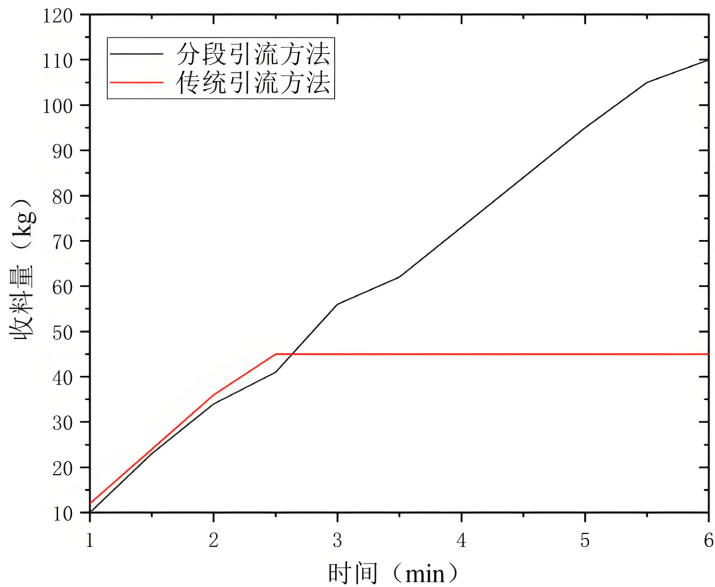


Figure 5. Material receiving data variation on sub-packaging chamber electronic scale

图 5. 分装小室电子秤收料数据变化

图 5 可以看出，采用传统引流方法在引流分装阶段因液态氟化物前端出现了气化现象，使得液态氟化物相态无法保持稳定，使得在引流管道内部出现了堵塞，造成产品无法顺利分装至产品容器即分装小室电子秤无法进一步记录数据，此时需要人为进去消除堵塞，增加了安全风险。采用分段引流方法可以保证液态氟化物在引流分装过程中的相态稳定，产品可以持续进行收取，此时电子秤数据也在持续进行更新。通过图 5 可知，分装小室电子秤收料呈现线性递增趋势，这也再一次证明了“分段引流”方法的

正确性。

4. 总结

本文基于液态氟化物引流分装厂房系统特性及氟化物物理性质开展分装引流及取样方法研究，优化了液态氟化物的引流分装及取样工艺方法，具体结论如下：高沸点易挥发的液态氟化物在分装引流及取样管线长且利用压差驱动物料流动，氟化物相态会受压力和温度共同影响，因此要保持稳定的氟化物液态相态需在工艺操作时减少压差对氟化物的影响。通过将成熟的分级压力控制应用于高风险的特定工业场景，并提出“分段引流”方法，可以减少氟化物在引流分装和取样过程中出现压力骤降的情况，使得作为最危险点的液态氟化物厂房在分装取样工艺中的安全性得到了提高。

5. 讨论

“分段引流”方法的原理是通过分级压力控制进而实现特定高沸点易挥发氟化物的相态稳定，但是该方法仅适用于相态会随压力变化的氟化物或者其他化合物的引流分装场景，对于无相态改变的产品适用性较差。

参考文献

- [1] Fernandes, M.G.P. and Revankar, S.L. (2020) Two-Phase Flow Modeling of Volatile Liquid Transport in Long Pipelines. *Chemical Engineering Science*, **220**, Article 115634.
- [2] 栗万仁. 转化工艺学[M]. 北京: 原子能工业出版社, 2012.
- [3] Cheng, L. and Thome, J.R. (2016) A Review of Flashing Flow Models for Pipeline Systems. *Applied Thermal Engineering*, **106**, 827-839.